

**THIN SHEET OF HIGH SILICON STEEL NONDIRECTIONAL IN *100* PLANE
AND VERY LOW IN COERCIVE FORCE AND ITS MANUFACTURE**

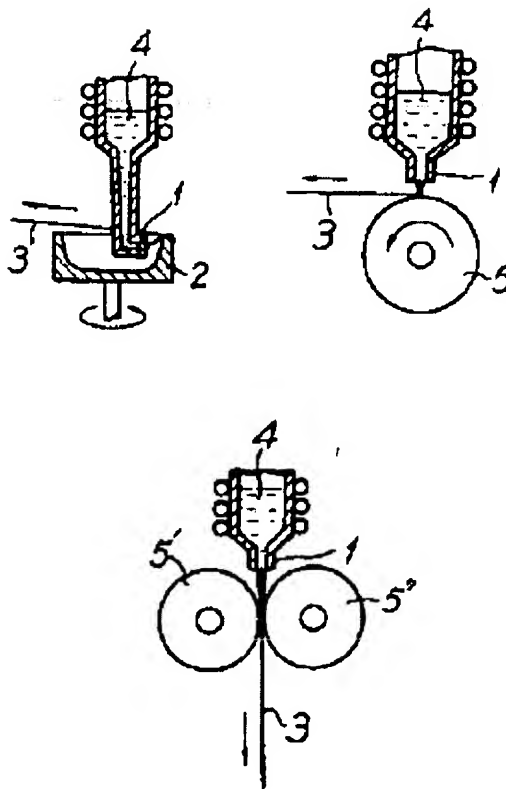
Patent number: JP56003625
Publication date: 1981-01-14
Inventor: TSUYA NOBORU; ARAI KENICHI; SHIMANAKA HIROSHI; SATOU TOORU; MIYAZAKI TAKESHI
Applicant: TSUYA NOBORU
Classification:
- **International:** C21D9/00; C21D9/46; H01F1/16
- **European:** C21D9/52
Application number: JP19790078659 19790623
Priority number(s): JP19790078659 19790623

Report a data error here

Abstract of JP56003625

PURPOSE: To manufacture thin sheet of high silicon steel having very low coercive force, by spraying the molten steel to be made into high silicon steel sheet to a cooling means which rotates at a high speed, and by, after cooling of the silicon steel at a super-high cooling rate to form into thin band, annealing the band at a specific temp. without rolling the band.

CONSTITUTION: Molten metal 4 of high silicon steel contg. 5-8% Si, or in addition contg. one or more members of the group consisting of <2% Al, <2% Mn, <10% Co, <3% Ni, is sprayed to the surface of a bowl-shaped rotator 2, a single roll 5, or rotating double rolls 5', 5". The molten steel is cooled at a super-high cooling rate of $10 < 3 > \text{deg.C/sec}$ to about 400 deg.C, where no growth of crystal grains or no formation of super-lattices are caused after crystallization. The high silicon steel is shaped into a thin band 3 70-80 μ in thickness without being subjected to hot and cold rolling. The band is annealed at temps. ranging from 1,000-1,300 deg.C for a time not shorter than 30sec, hereby a thin sheet of high silicon steel having a coercive force not higher than 0.10e, nondirectional in (100) plane is manufactured.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Best Available Copy

① 日本国特許庁 (JP)

① 特許出願公開

② 公開特許公報 (A)

昭56—3625

⑤ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和56年(1981)1月14日

C 21 D 9/00

7047—4K

9/46

6339—4K

H 01 F 1/16

7303—5E

発明の数 2

審査請求 未請求

(全 8 頁)

④ 極めて保磁力の低い(100)面内無方向性高珪素鋼薄帯とその製造方法

① 特 願 昭54—78659

② 出 願 昭54(1979)6月23日

⑦ 発 明 者 津屋昇

仙台市柏木2丁目1番38号

⑦ 発 明 者 荒井賢一

仙台市富沢字金山1の2東北大
宿舎4—105

⑦ 発 明 者 嶋中浩

船橋市本中山4—4—3—310

⑦ 発 明 者 佐藤徹

千葉市小倉台8—14—10

⑦ 発 明 者 宮崎健

大宮市吉野町1—429—2

⑦ 出 願 人 津屋昇

仙台市柏木2丁目1番38号

⑦ 代 理 人 弁理士 杉村暁秀 外1名

明 細 書

1 発明の名称 極めて保磁力の低い(100)面内無方向性高珪素鋼薄帯とその製造方法

2 特許請求の範囲

1. 重量%で珪素5.0～8.0%を含有し、残部実質的に鉄および不可避不純物から成り、(100)面上立方集合組織を有する極めて保磁力の低い(100)面内無方向性高珪素鋼薄帯。

2. 珪素5.0～8.0%を含有し、残部実質的に鉄および不可避不純物からなる溶鋼を、移動冷却体上に噴出して400℃になるまでの平均冷却速度が 10^3 ℃/sec以上になるように急冷凝固させて薄帯となし、さらに1000～1300℃の温度範囲内で30 sec以上焼鈍する事を特徴とする極めて保磁力の低い(100)面内無方向性高珪素鋼薄帯の製造方法。

3. 珪素5.0～8.0%を含有し、副成分としてアルミニウム2%以下、マンガン2%以下、コバルト10%以下、ニッケル3%以下の何

れか1種又は2種以上を含有し、残部実質的に鉄および不可避の不純物から成り、(100)面上立方集合組織を有する極めて保磁力の低い(100)面内無方向性高珪素鋼薄帯。

4. 珪素5.0～8.0%を含有し、副成分としてアルミニウム2%以下、マンガン2%以下、コバルト10%以下、ニッケル3%以下の何れか1種又は2種以上を含有し、残部実質的に鉄および不可避の不純物から成る溶鋼を移動冷却体上に噴出して400℃になるまでの平均冷却速度が 10^3 ℃/sec以上になるように急冷凝固させて薄帯となし、さらに1000～1300℃の温度範囲内で30 sec以上焼鈍する事を特徴とする極めて保磁力の低い(100)面内無方向性高珪素鋼薄帯の製造方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は珪素5.0～8.0%を含み、保磁力Hcが0.1 Oe以下である(100)面内無方向性高珪素鋼薄帯とその製造方法に関するものである。

4～10%の珪素、好ましくは5～8%の珪素

を含む高珪素鋼板は従来の3%珪素鋼板に比べて磁歪が低く、特に6.5%珪素量附近では消失し、また磁気異方性も小さくなっている。優れた軟磁性を示す事が知られている。しかしながら珪素が4%以上になり、特に6%以上になると、きわめて脆くなり、工業的規模の圧延加工が実質的に不可能となる。このために今日でも5%以上の珪素を含むような高珪素鋼板は商品化されていない。これに対して本出願人は先に特願昭53-141290号において4~10%の珪素を含む高珪素鋼薄帯とその製造方法を提供した。これによれば4~10%珪素鋼の溶融体を移動する冷却体上に噴出して、400℃になるまでの間を $10^3 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{sec}$ 以上の速度で急冷する事により、従来のように熱間と冷間の圧延を全く施さないうちに高珪素鋼の薄帯状の成品あるいは半成品が得られる。また、これらを400~1300℃で焼鈍したり、さらに400~650℃で追加焼鈍して規則格子を生成させると良好な軟磁性を示すようになり、例えば薄帯の長手方向に磁化した時の保磁力 H_c （以下、 $H_m = 5$

(3)

をもつ。一方、磁気異方性は高珪素鋼においてもほぼ半減はするが、依然として残っている。したがって以上の点から、6.5%あたりの高珪素鋼は従来の3%珪素鋼と比較して、 B_s の低下を犠牲にして鉄損をさらに低くした素材と言うことができる。

本発明は、各結晶粒の〔100〕軸が板面に平行に揃い、いわゆる(100)面内無方向性であるつて保磁力 H_c が0.1 Oe以下の高珪素鋼を提供することを目的とするものであり、前記特許請求の範囲に記載の薄帯ならびにその製造方法を提供することによって、前記目的を達成することができる。

次に本発明を詳細に説明する。

本発明者らは、前記特願昭53-141290号の高珪素鋼薄帯について種々研究をおこなった結果、ある特定の温度範囲において焼鈍を加える事により、薄帯の各結晶粒の〔100〕軸が板面に平行に揃い、いわゆる(100)面内無方向性高珪素鋼が得られ、その結果として保磁力 H_c が0.1 Oe以下になる事を見出し、本発明に想到した。(100)面内無

(5)

0e, DCの値を示す)は0.2 Oe以下になり特に低いものは0.1 Oe程度になる。一般に、珪素鋼板で代表される電磁鋼板は電力用トランス、回転機、発電機などの鉄心として用いられるが、諸特性の中で実用上は鉄損特性が良好である事が最も重要となる場合が多いので、大部分は鉄損値によってランク付けされる。

この鉄損値は、板厚、電気抵抗とならんで、直流での履歴損の値によつて変化する。板厚は薄いほど高周波数側での渦電流による損失が少なくなるが、その反面、履歴損が大きくなりまた、鉄心などへの組み立て作業が煩雑になるので、実用的には用途に応じて板厚が規定されている。電気抵抗は高いほど、やはり渦電流損は小さくなるので、先の発明の高珪素鋼は従来の3%珪素鋼に比べて電気抵抗を高める上で好ましい。履歴損は磁歪と磁気異方性によつて、主にきまり、一般にこれらが大きいほど大きくなる。高珪素鋼は、飽和磁束密度 B_s が低くなるという欠点をもつが、磁歪をほぼ消失させるので履歴損が低くなるという長所

(4)

方向性珪素鋼は学術文献や特許でこれまでも製造法が開示された事はあるが、工業的な製造が困難であつたり、又コストが高つくために、商業ベースで工業生産されてはいない。従来の珪素鋼板は、各結晶粒の方位が特性の方向に揃っていない無方向性珪素鋼と、(110)〔001〕方位に高度に集積した方向性珪素鋼に分けられ、前者は主として回転機や発電機のように、磁束が板面内のいろいろな方向にかかる鉄心材料に用いられ、後者は一方向のみに磁束がかかるトランスなどに用いられる。このような用途においては本発明の(100)面内無方向性高珪素鋼は従来の無方向性珪素鋼が用いられていた場合に比べて、より高い性能とより低い鉄損を生み出すと考えられる。一方、後述するように本発明の高珪素鋼薄帯は保磁力 H_c が0.1 Oe以下と極めて低く、(この値は薄帯面のどの方向についても、ほぼ同等と考えられる。)現在、市販されている方向性珪素鋼のそれに、ほぼ匹敵するので、トランスなどの鉄心材料としても充分に応用が可能であると考えられる。この場

(6)

合、従来の方向性珪素鋼では、トランスに組み込んだ際、鉄心のコーナー部で磁束の曲がり要充分でなく余分の鉄損を発生させるが、本発明の高珪素鋼薄帯では磁束の曲がり良好であるので突極特性においては、むしろ良好な鉄損特性を示すと予想される。以上の観点から本発明の保磁力の低い(100)面内無方向性高珪素鋼薄帯は、電気機器の鉄心材料として用いられる事ができ、この場合、従来の珪素鋼板に比べて性能の向上と鉄損の減少により大きく寄与すると考えられる。

次に本発明の薄帯において成分組成を限定する理由を説明する。

珪素は5.0%より少ないと磁気特性が従来成品と同程度のものしか得られないし、一方8.0%より多いと脆化する上にかえつて磁気特性が劣化するので、保磁力 H_c 0.1 Oe以下の薄帯とするためには珪素は5.0~8.0%の範囲内にする必要がある。

本発明の第1発明の薄帯の成分組成に、副成分としてアルミニウム2%以下、マンガン2%以下

(7)

ので、本発明においても必要に応じてコバルトを添加し前記短所を補うことができる。しかしコバルトは極めて高価な元素であるので、コバルトは10%以下に限定する。

ニッケルは靱性を向上させる作用を有する元素であるが、3%より多くても特に靱性はより向上しないばかりでなく、経済的でないのでニッケルは3%以下に限定し、さらに0.2~1.5%のときが好適である。

本発明の薄帯において不可避不純物として酸素、硫黄、炭素、窒素が混入してくるが、これらはいずれも成品中にあると鉄損特性を劣化させかつ、薄帯を脆化させ加工性も劣化させるので極力低く抑えるのが望ましい。これらの不純物の総量が0.1%を超すと鉄損は大きくなり従来の珪素鋼に比べて劣るので上限を0.1%とする。なお、現在の製鋼技術においては、 $O < 50$ ppm、 $S < 80$ ppm、 $C < 100$ ppm、 $N < 50$ ppmとすることができるのでこの範囲内とするのが特に好ましい。

以上述べた他の不純物として、クロム、モリブ

(9)

コバルト10%以下、ニッケル3%以下の何れか1種又は2種以上を含有させることができる。

アルミニウムは強い脱酸元素であるので、アルミニウムを添加することにより、さらに酸素の低い素材を得ることができ、また電気抵抗を高めるので渦電流損を低くする点で好ましいが、2%より多いと磁歪を大きくするので、アルミニウムは2%以下にする必要がある。

マンガンは不可避元素として通常の製鋼においては約0.05%含有されており、この元素は固溶しているSと結合してMnSとなり、Sの鉄損劣化に及ぼす悪影響を抑制するばかりでなく、圧延加工する上でも好ましいことが知られている。しかしマンガンが2.0%より多いと磁気特性がかえつて劣化し、さらに硬化するため成品の加工が困難になつてくるので、マンガンは2.0%以下にする必要がある。

本発明薄帯は珪素分の含有が高いので必然的に飽和磁束密度が低くなる短所をもつ。Fe-Si合金にコバルトを添加すると飽和磁束密度が高くなる

(8)

デン、タングステン、バナジウム、チタン、錫等の元素が約0.1%以下含有されても本発明の薄帯の諸特性は妨害されない。

次に本発明の薄帯の製造方法を説明する。

従来の珪素鋼板の製造方法によれば、鋼塊あるいは連続鋳造スラブを熱間圧延して1.5~4mm厚のホットストリップにしたあと、適当な冷間圧延と熱処理を組み合わせて通常0.28~0.50mm厚の成品を作るのであるが、本発明においては、前述した組成をもつ珪素鋼溶融体を直接超急冷して直ちに所定の厚みをもつ薄帯に仕上げるのである。すなわち珪素鉄溶融体から直接に成品もしくはそれに近い半成品にするのであつて、従来工程に不可欠であつた熱間圧延工程および冷間圧延工程を完全に除いているのである。溶融体を超急冷して薄帯とする方法はそれが十分に幅が広く所定の厚みがあり、かつ厚みが均一であり、連続してコイル状にとり出せるものであればどのような方法であつても良いが、代表的には第1図(a)、(b)、(c)、(d)に示すように、溶融体を連続的に移動する移動

(10)

面上に適当な形状をもつ孔から連続的に噴出させて急冷凝固させ、所定の厚みをもつストリップをコイル状に得るのがよい。

第1図(a)は、移動面として碗状回転体2を用い、この内側回転面上に噴出ノズル1より溶融体4を噴出させ急冷凝固された連続体状薄帯3を得る装置の略図が示されている。又第1図(b), (c)には1個の回転ロール5上あるいは同一の大きさとは限らない2個の近接した回転ロール5', 5''間に噴出孔から珪素鋼溶融体を連続的に噴出し2個のロール間で超急冷することにより連続体状薄帯を得る装置の略図が示されている。第1図(d)は金属帯製無限コンベア7と回転ロール5間に溶融珪素鋼4を供給し、急速冷却させて連続的に薄帯を得る装置の略図を示す。

本発明により珪素鉄薄帯を上記装置を用いて製造する場合、重要なことは十分速い速度で溶融体が凝固冷却することである。まず、噴出孔から噴出され移動する冷却体にあつて凝固するまでの時間が長いと噴出溶融体の流れが一体でなくなり、

(11)

碎的にかつ確実に十分細かい結晶粒をもちかつ規則格子が実質的に存在しない薄帯を得るには400℃までを $10^3 \sim 10^6$ ℃/secの冷却速度で冷却するのがよい。

次に本発明を実験データについて説明する。

Si 4~10%を含み、残部実質的にFeよりなる溶鋼を第1図(c)に示す如き1対のロール上に噴射し、急冷凝固させた厚さ70~80μの薄帯について保磁力Hcを調べ、さらに上記薄帯を1000~1300℃で約50秒焼鈍した後の保磁力Hcを調べた。その結果を第2図に示す。同図より急冷後の薄帯はHcのばらつきが著しいが、焼鈍を施すとHcは極めて小さくなり、特にSi 6~7%の薄帯ではHc 0.1 Oe以下になることが判る。

Si 6.5%, Mn 0.1%, Ni 0.06%, Al 0.1%, 不純物としてO 45 ppm, C 100 ppm, S 85 ppm, N 65 ppmを含む急冷した厚さ45μ厚の薄帯を800℃から1400℃まで時間を変えて焼鈍した時の焼鈍温度と保磁力との関係を第3図に示す。同図より判るように焼鈍によつてHcは急激に低

(13)

ともすれば孔やボイドが生じたり、又厚みが均一でない薄帯ができたりすると共に、大気中で製造する場合には酸化や窒化を受けて良好な形状の薄帯ができなくなるか、あるいはできても成品中に酸素や窒素を含むために磁気特性が劣化してしまう。一方、凝固してからもはや結晶粒成長や規則格子化のおきない約400℃の温度に達するまで時間が長いと得られる薄帯は部分的に規則格子をもち、又結晶粒が粗大になつてあとに続く剪断や打ち抜き、あるいは必要に応じておこなわれる圧延が困難になつてくる。本発明者らは、冷却回転体の回転数や溶融体の噴射圧をいろいろに変えて実験した結果、溶融体がノズルから噴出されてから、凝固、冷却され薄帯の温度が400℃となる間の平均的な冷却速度が 10^{37} secより遅いと望ましい薄帯が得られないことを知見した。すなわち、この臨界冷却速度よりも遅く冷却する大気中で製造した場合、酸化して連続した良好な形状の薄帯が得られなかつたり、あるいは得られても粒成長などのため極めて脆いものであつたりする。実際上極

(12)

くなるが、特に1000℃以上の焼鈍によつてHcは0.1 Oe以下のレベルにまで達する。このようなHcの急激な低下は急冷状態で残存している歪の除去や結晶粒の粗大化あるいは不純物の表面への拡散に部分的には寄因しているが、大部分は焼鈍による(100)面上立方集合組織の形成、発達に寄因する事を本発明者らは見出した。すなわち、急冷状態では第4図(A)に示すように<100>軸が20°程度板面法線方向に対して傾いた方位成分を主とする集合組織をもつものに対して、例えば1200℃で1 hr 焼鈍すると第4図(B), (C)に示すように、<100>軸が板面法線に平行に極めて高度に集積するようになる。5~8%程度の高珪素鋼の磁気異方性は3%珪素鋼に比べて半減してはいるが、依然として大きいので、磁化容易軸<100>を板面に平行に揃えた、いわゆる(100)面内無方向性珪素鋼は、各結晶粒の方位がランダムに分散した無方向性珪素鋼よりも、はるかに低いHc、またその結果としてはるかに低いヒステリシス損を示すようになる。

(14)

このような(100)面上立方集合組織の発達の原因は今のところ明らかではないが、900℃程度の焼鈍でこれが形成され始め、約1000℃以上の焼鈍ではきわめて強い(100)立方組織が得られる。第5図にSi 6.1%, Mn 0.5%, Ni 0.15%, Al 0.5%, 不純物として、O 21 ppm, C 20 ppm, S 30 ppm, N 35 ppmを含む急冷状態の高珪素鋼薄帯(80μ厚)を950~1350℃で10~10⁴sec焼鈍した時のHcを示す。Hcが0.1 Oeより低くなる領域は図中に斜線で示してあるように、1000℃以上の焼鈍を30 sec以上施すような条件である。またこの領域の焼鈍を経た薄帯は、全てきわめて強い(100)立方集合組織を呈していた。以上の2例で示したように1000℃以上で30 sec以上焼鈍すると先鋭な(100)面内立方集合組織が形成され、その結果、Hcが0.1 Oe以下というきわめてヒステリシス損の低い(100)面内無方向性高珪素鋼薄帯が得られる事がわかる。このような薄帯の高温焼鈍は工業的には、連続焼鈍されるかあるいは薄帯にAl₂O₃, MgO, CaOなどの剥離剤を塗

(15)

層シトランスや回転機用鉄心など電気機器の鉄心として利用することができる。

次に本発明を実施例について説明する。

実施例 1

Si : 5.0%, Mn : 0.4%, Al : 0.2%, Ni : 0.08%を含み不純物として、O : 25 ppm, C : 60 ppm, S : 70 ppm, N : 65 ppmを含有する溶鋼を、500rpmで回転しているステンレス製双ロールにスリット状ノズルから噴出して厚み110μの薄帯を連続的に作製した。これを連続炉によつてH₂中で1260℃×7 minの焼鈍を施した。薄帯の集合組織は極めて高度に集積した(100)面内無方向性を示しており、Hc(直流磁化Hm = 5 Oe)は0.09 Oeであつた。

実施例 2

Si : 7.5%, Mn : 0.09%, Al : 0.01%, Ni : 0.15%, Co : 0.2%を含み、不純物としてO : 15 ppm, C : 40 ppm, S : 40 ppm, N : 35 ppmを含む溶鋼を2500 rpmで回転しているクロム鋼製の単ロール上に噴出して厚み25μの

(17)

布してコイル状に巻きBox炉などで焼鈍されることは公知である。しかし、このような焼鈍方法をもつてしても1300℃以上の焼鈍は工業的にはきわめて困難であり、コストがかかる。また、1300℃以上で焼鈍しても時に優れた特性が得られる訳ではないので、本発明においては焼鈍を1000~1300℃の温度範囲内で30 sec以上施す必要がある。この焼鈍にあたり、連続焼鈍のように薄帯が炉内で露出されている場合には適当な非酸化性ガス雰囲気(H₂, Ar, N₂, CO₂など)中あるいは真空、減圧中でおこなうことができる。実際にH₂, H₂ + N₂, H₂ + CO₂,あるいは10⁻¹~10⁻⁴ Torrで焼鈍を施したがいずれの場合でも、強い(100)面内立方集合組織が形成されHcの低い薄帯が得られた。一方、コイル状で、Box炉で焼鈍するに際して、Al₂O₃, MgO, CaOあるいはこれらの混合をスラリー状にして薄帯に塗布したが、やはり良好な集合組織と特性が得られた。

上述の如くして製造された薄帯は、その状態で、あるいは絶縁のためのコーティング処理をして、積

(16)

薄帯を作つた。これにMgOとAl₂O₃の混合粉末をスラリー状にして塗布して、最小曲率半径が100mmのコイルとしBox炉によつて10⁻³ Torrで1090℃×5 hrの焼鈍を施した。この薄帯は(100)面内無方向性組織を有していて、Hcは0.08 Oeであつた。

実施例 3

Si : 6.5%, Mn : 0.3%, Al : 0.1%, Ni : 0.10%を含みO : 15 ppm, C : 30 ppm, S : 30 ppm, N : 25 ppmを含有する溶鋼を20~30 m/secで動いている金属ベルトに噴射して、厚み80μの薄帯を作製した。これを連続炉で夫々H₂, 60% H₂ + 40% N₂, Ar, H₂ + 10% CO₂の雰囲気中で1150℃×10 minの焼鈍をおこなつた。この時のHcは、それぞれ、0.07 Oe, 0.08 Oe, 0.09 Oe, 0.09 Oeであつた。

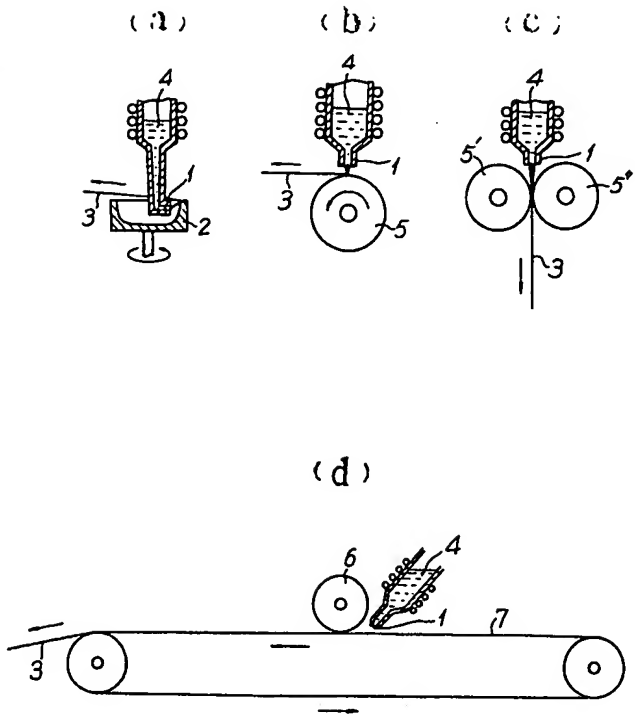
以上本発明の薄帯は(100)面上立方集合組織を有し極めて保磁力の低い(100)面内無方向性高珪素鋼薄帯である。

(18)

* 図面の簡単な説明

第1図(a), (b), (c), (d)はそれぞれ本発明の薄帯を製造するのに用いることのできる移動冷却体とその上に噴出される溶融体の溶融装置との相対的配置を示す縦断面説明図、第2図は薄帯成分組成中Si含有量と保磁力 H_c との関係を示す図、第3図は本発明の薄帯の焼鈍温度と焼鈍時間と、保磁力との関係を示す図、第4図(A)は急冷薄帯、(B)には前記薄帯を焼鈍した薄帯のそれぞれ極点図、第5図は本発明の薄帯の焼鈍温度と焼鈍時間と保磁力との関係を示す図である。

第1図



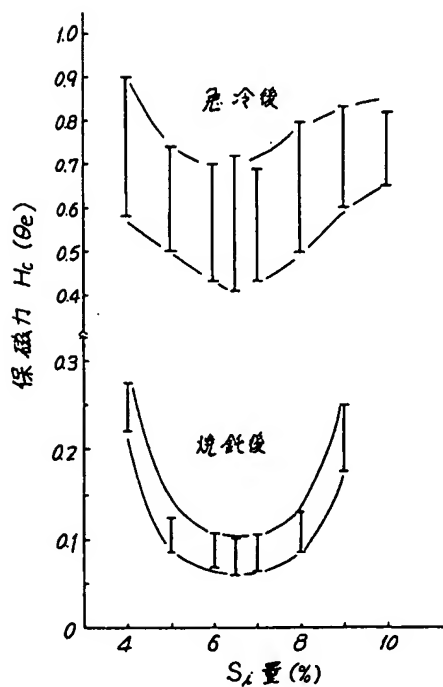
特許出願人 津 屋 昇

代理人弁理士 杉 村 曉 秀

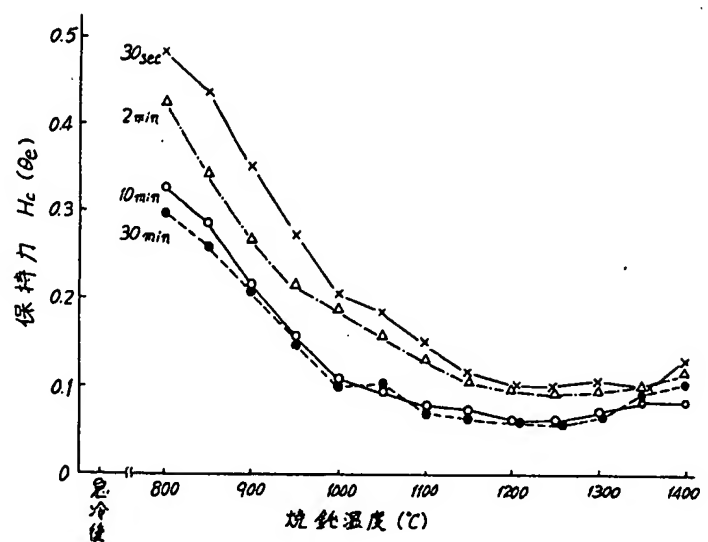
同 弁理士 杉 村 興 作

(19)

第2図



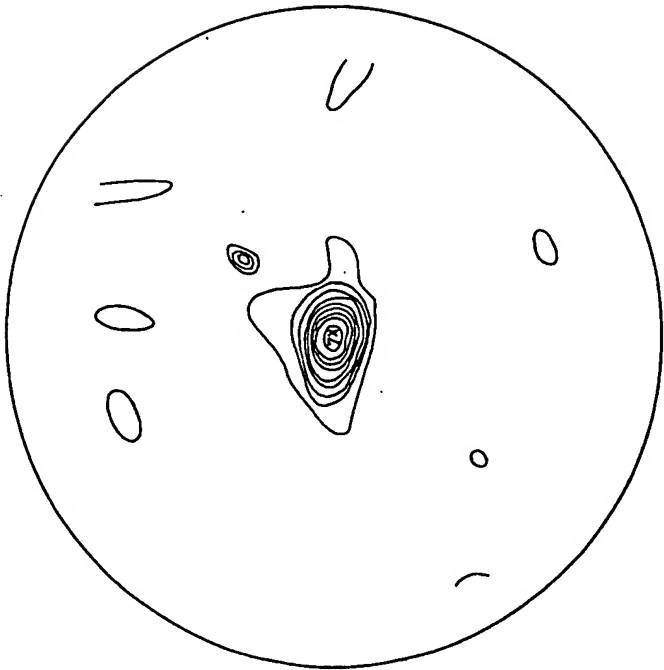
第3図



第4図

(B)

RD

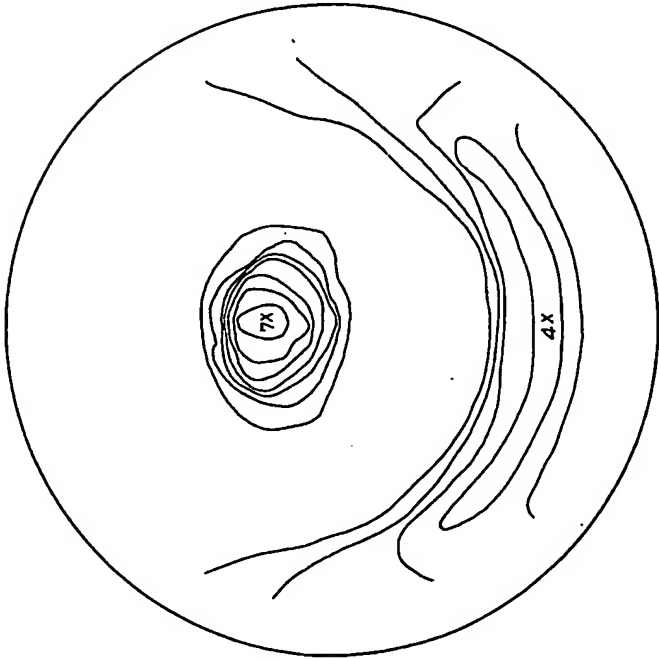


(200)

第4図

(A)

RD

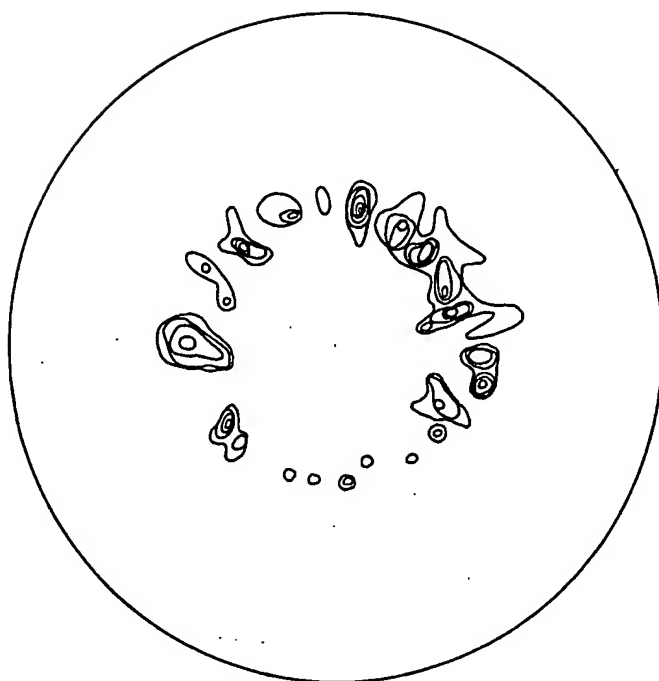


(200)

第 4 図

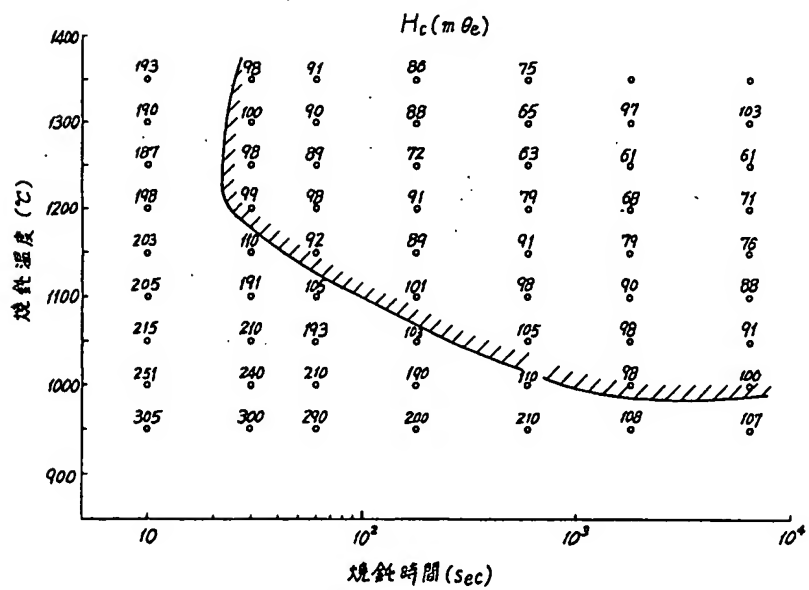
(C)

R D



(110)

第 5 図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.